

## 유성밀 분쇄에 의한 사문석과 활석의 물리적 특성변화

김동진 · 정현생 · 이재천 · 이자현\*

한국자원연구소 활용연구부

\*전양대학교 화학과

### Physical Properties Change of Serpentine and Talc by Planetary Ball Mill

Dong Jin Kim, Hun Saeng Chung, Jae Chun Lee and Ja Hyun Lee\*

Minerals Utilization & Materials Division, Korea Institute of Geology, Mining & Materials, Taejon 305-350

\*Dept. of Chemistry, Konyang University, Nonsan 320-711

(1998년 11월 9일 받음, 1999년 6월 25일 최종수정본 받음)

**초록** 유성밀로써 사문석과 활석을 분쇄시 X-ray 회절분석, FT-IR, DSC-TG, 입도분석 그리고 SEM 관찰 등을 이용하여 결정조직과 물리적 특성변화를 조사하였다. 분쇄시간이 증가함에 따라 사문석과 활석 원시료의 결정피크가 점차 감소하여 120분 이상 분쇄시 비정질상으로 변하였으며 이와 같은 변화는 마그네슘 결정 조직의 무질서에 기인한다. 분쇄된 시료에서 나타나는 흡열반응의 피크는 원시료보다 낮은 온도에서 관찰되었다. 또한 평평하고 불규칙한 모양의 원시료는 분쇄처리를 실시함에 따라 구형의 응집체로 변하였다.

**Abstract** The variations of crystalline structures and physical properties of serpentine and talc mineral which was treated in a planetary ball mill, were investigated by means of X-ray diffraction, FT-IR, DSC-TG, particle size analysis and SEM observation. The crystalline peaks of serpentine and talc in the XRD patterns were gradually reduced with the increase of grinding time and after 120 minutes turned into the amorphous phase, which is attributed to the disordering of the local structure around magnesium. The endothermic peaks for the ground serpentine and talc sample are observed at a considerably lower temperatures than that for the starting sample. A morphological change from the originally flat and irregular shape to spherically agglomerated particles was clearly observed.

### 1. 서 론

사문석(Serpentine,  $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ )과 활석(Talc,  $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ )은 Mg를 30~38% 포함하고 있는 함수규산 광물로서  $Al_2O_3$ ,  $CaO$ ,  $Fe_2O_3$  등이 불순물로 함유되어 있다. 사문석 광물은 동질이상으로 Antigorite, Chrysotile 및 Lizardite로 분류할 수 있으며 판석면으로 알려진 Antigorite는  $MgO$ ,  $H_2O$  함량이 낮은 특징이 있다. 안동, 홍성, 울산지역에 약 75,000천톤이 매장되어 있는 사문석의 현재 용도로는 제철용 슬래그 형성제, 도로 포장의 충진제 등으로 한정되어 있다. 최근에는 사용량이 매년 7~8%씩 감소하고 있기 때문에 풍부한 매장량을 갖고 있는 사문석의 부가가치를 높이기 위한 연구가 일부 진행되고 있다.

활석은 지방감이 풍부하고 매우 연한(Mohs' 경도 : 1) 광물로 사문석, 녹나석, 마그네시아, 돌로마이트 등의 암석류에 수반되고 있으며 불순물로  $Al_2O_3$ ,  $CaO$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $Na_2O$  등이 포함되어 있다. 활석의 국내 총 매장량은 약 43,000 천톤 정도이나 백색도 80 이상의 중품위 광석은 약 6,000 천톤에 불과하기 때문에 국내 수요를 충당하기 위하여 상당량을 중국으로부터 수입하고 있다. 현재 미분쇄된 활석은 제지, 안료, 화장품, 고무, 윤활제, 도기 그리고 전기절연재 등 다양한 용도로 활용되며 자동차 부품용 수지 및 고급 폐

인트용으로는  $10\mu m$  이하의 초미분 활석이 사용되고 있다.

비슷한 결정구조를 갖고 있는 사문석과 활석의 새로운 용도 개발을 위한 연구가 10여년 전부터 일본에서 활발히 수행되었다. Kosuge<sup>1)</sup>는  $MgO$  성분과 기타 불순물을 추출하여 비표면적이 큰 다공성의 고순도 비정질 실리카를 제조하기 위하여 사문석을 산으로 처리하였으며 Sakamoto<sup>2)</sup>는 800~900°C로 하소처리하여 사문석의 결정구조를 파괴한 후 90°C에서  $Mg$ 와  $Si$  성분을 황산용액으로 침출하였다. Saito<sup>3)</sup>는 유성밀(planetary ball mill)로 활석을 활성화 처리함으로써 열처리공정을 거치지 않고  $Mg$  성분을 황산이나 염산으로 효과적으로 제거하였으며 또한 Filio<sup>4)</sup>는 활석을 분쇄하므로써 입자크기 뿐만 아니라 기타 물리적 특성과 결정구조의 변화를 연구한 바 있다.

사문석으로부터 불순물이 제거된 고순도의 비정질 실리카는 다공성이고 비표면적이 매우 크며 반응성과 흡착성이 뛰어난 특성을 갖고 있기 때문에 새로운 규소계 소재, 제올라이트 등 신소재합성 기술개발이 용이한 장점이 있으며 활석은 식음료 공정과 물처리를 위한 여과제, 페인트, 타이어 등의 첨가제로도 사용되고 있다. 지금까지 개발된 산침출을 이용한 사문석 또는 활석으로부터 비정질 실리카 제조기술은 산 농도가 높고 80°C 이상의 비교적 높은 온도가 필요한 단점이 있다. 이와 같은 문제점을 해결하기 위하여 최근

Table 1. Chemical components of raw material and experimental samples.

(% by weight)

Mineral \ Components		SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	Ig. loss
Serpentine	raw material	37.48	5.30	33.10	11.42	3.66	0.01	0.09	8.90
	sample	37.64	7.42	29.43	8.56	5.57	0.01	0.13	11.32
Talc	sample	53.92	1.34	28.12	1.66	4.22	0.01	3.54	10.62

에는 mechanochemical 효과를 이용하고 있다. 즉 유성밀 등으로 점토질 광물을 분쇄할 경우 결정구조의 비정질화 및 교란으로 인하여 침출시 Mg 등 불순물의 제거가 용이한 것으로 알려져 있다.

본 연구에서는 결정구조가 비슷한 사문석과 활석을 유성밀로 분쇄처리시 결정구조, 입도 그리고 표면의 morphology 변화를 비교, 관찰하므로써 침출공정에서 불순물 제거를 용이하게 하기 위한 기초자료로 활용하고자 하였다.

## 2. 실험 방법

실험에 사용된 사문석은 경북 안동시 풍천면에서 그리고 활석은 충주에서 채취하였다. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 성분이 11.42%인 사문석 원광석은 파쇄, 분쇄, 체분리(-200 mesh) 과정을 거친 후 10 Koe로 3회에 걸쳐 습식자력선별을 실시하여 원시료로 사용하였다. 전처리공정을 거친 사문석과 활석 시료의 대표적인 화학조성은 Table 1에 나타내었으며 입도분석 결과 사문석과 활석 시료의 평균입도는 각각 20.6μm, 15.3μm 이었다.

시료에 대한 분쇄처리는 유성밀(Fritsch, Pulverisette-5)을 사용하여 대기압하에서 전식으로 실시하였다. 이때 시료 25g과 직경 20mm인 지르코니아 볼 13개를 jar(재질 : ZrO<sub>2</sub>, 내용적 : 250mL)에 함께 장입하여 300rpm으로 일정시간 분쇄하였으며 결정구조변화는 X-선 회절법으로 확인하였다. 분쇄산물의 입도는 Laser Micron Sizer (Seishin Model LMS-30)를 이용하여 측정하였고 고온 DSC를 사용하여 20°C/min의 승온속도로 열분석을 실시하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1 XRD 및 FT-IR 분석

Fig. 1과 2는 분쇄시간에 따른 사문석과 활석의 X-선 회절분석 결과를 나타낸 것이다. Fig. 1에서 보듯이 사문석 원시료는 판석면(Antigorite)이 주성분이며 그 외 불순물로 자철석(Magnetite), 투휘석(Diopside) 그리고 투각섬석(Tremolite) 등을 함유하고 있다. 분쇄시간이 증가함에 따라 뚜렷한 결정성을 갖고 있는 판석면의 피크강도가 점차 감소하고 있으며 이는 기계적 외력에 의하여 사문석의 결정구조가 비정질화되고 있음을 나타내고 있다. 사문석의 비정질화는 각각 -OH base로 결합된 Si tetragonal의 판상과 Mg octahedral의 판상이 서로 차례로 겹쳐있는 사문석의 결정구조가 분쇄처리에 의하여 Mg 주위의 local 구조가 무질서(disordering)하게 되었기 때문으로 보고된 바 있다.

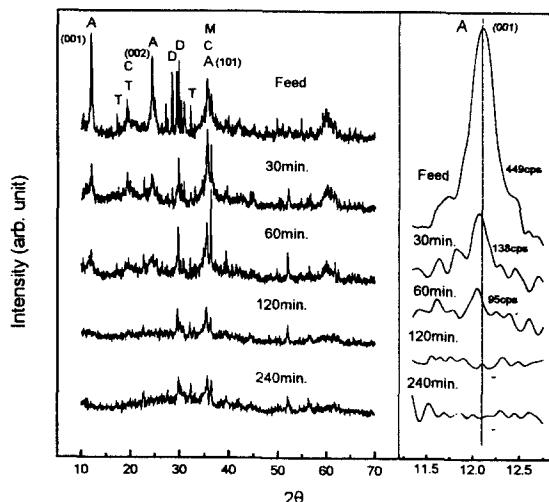


Fig. 1. X-ray diffraction patterns of serpentine samples obtained at various grinding time. (A : Antigorite, C : Chlorite, D : Diopside, M : Magnetite, T : Tremolite)

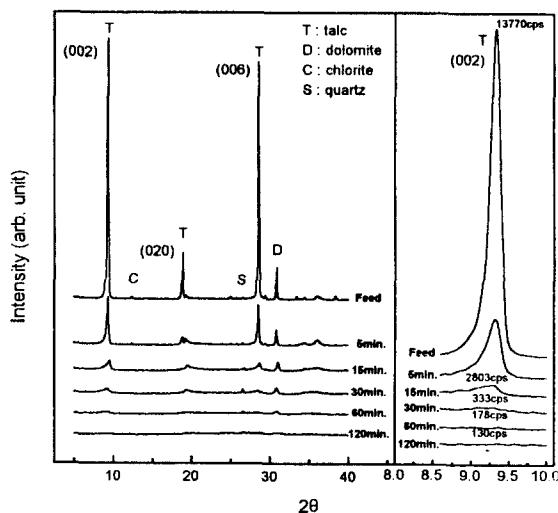


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of talc samples obtained at various grinding time.

한편 자철석, 투휘석, 투각섬석의 경우 경도가 판석면 보다 크기 때문에 장시간 마광시 결정의 미세화 및 스트레인으로 증가하게 되며 따라서 회절선의 폭이 넓어지고 피크의 강도는 감소하지만 일부 존재하고 있는 것으로 판단된다. 또한 판석면의 주피크인  $2\theta = 12.10^\circ$ 에서 분쇄시간에 따른 피크강도를 비교한 결과 60분 까지는 판석면의 피크가 급격히 감소하였으며 120분 이상의 분쇄시간에서는 판석면의

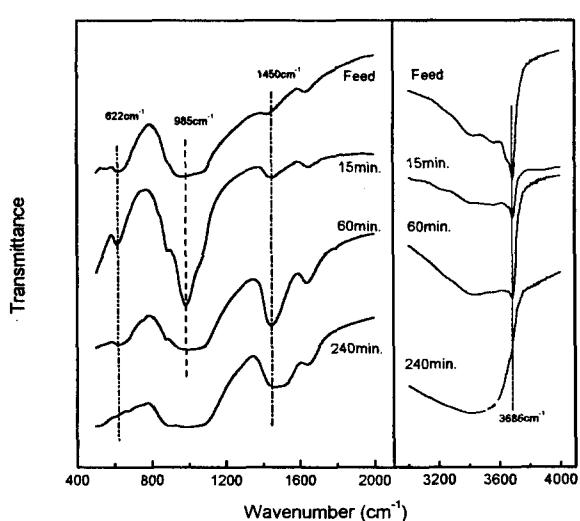


Fig. 3. FT-IR spectra of serpentine ground for various time.

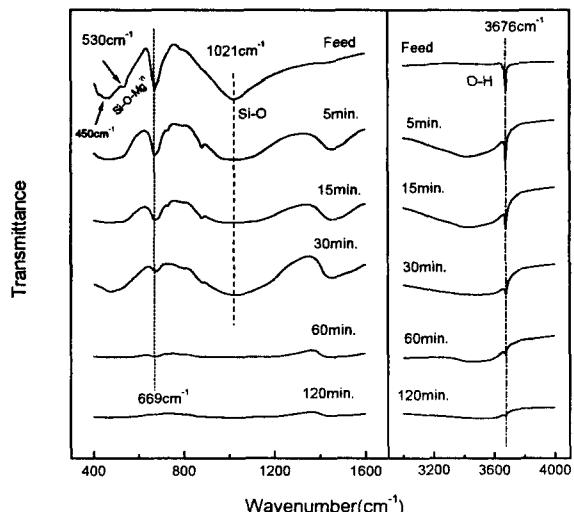


Fig. 4. FT-IR spectra of talc ground for various time.

피크가 관찰되지 않았다.

Fig. 2로부터 활석은 백운석(dolomite), 녹나석(chlorite), 석영(quartz) 등을 불순물로 함유하고 있음을 알 수 있다. 또한 사문석에 비하여 활석은 짧은 분쇄시간에서도  $\theta = 9.35^\circ, 28.50^\circ, 18.75^\circ$ 에서 나타나는 주피크 강도가 급격히 감소하고 있으며 30분 분쇄한 조건에서는 미약한 활석의 피크가 관찰되고 있다. 그러나 120분 이상 마광처리한 조건에서는 대부분의 활석피크는 소멸되어 비정질화되었음을 볼 수 있다.

Table 2는 사문석과 활석 원시료의 주피크 강도( $I_0^*$ )와 분쇄된 시료의 주피크 강도( $I$ )로부터 계산한 결정화지수(Crystallinity Index)를 표시한 것이다. 사문석의 경우 60분 분쇄시 결정화지수는 약 0.21이었으나 활석의 경우 5분 분쇄한 조건에서 약 0.20으로 비슷한 결정화지수를 나타내고 있다. 또한 사문석은 120분 그리고 활석은 60분 이상 분쇄한 조건에서는 주피크가 소멸되어 주피크강도를 확인할 수 없었다.

Table 2. Crystallinity index values as a function of grinding time.

Grinding time (min.)	Crystallinity Index, $I/I_0^*$	
	Serpentine	Talc
0	1.00	1.00
5	-	0.20
15	-	0.02
30	0.31	0.01
60	0.21	-
120	-	-
240	-	-

Fig. 3과 4는 분쇄시간에 따른 사문석과 활석의 FT-IR 분석결과를 나타낸 것이다. 사문석의 골격을 이루는 Mg 결합, 즉 Mg-O와 Mg-OH 결합은 유성밀로 분쇄처리시 분쇄시간이 증가함에 따라서 끊어지게 된다. Fig. 3에서 보듯이  $622\text{cm}^{-1}$  부근에서 관찰되는 Mg-OH 결합은 분쇄시간이 증가함에 따라 피크강도가 점차 약해져 240분 분쇄한 조건에서는 전혀 나타나지 않았다. 이것은 Mg 부근의 결정구조가 무질서해짐에 따라 사문석 결정조직내의 OH 결합상태가 변하였음을 의미하고 있다. 한편 Si-O 결합과 관련된  $985\text{cm}^{-1}$ 의 흡수밴드도 분쇄시간이 증가함에 따라 점차 사라지고 있었다. 분쇄처리를 하지 않은 사문석 원시료의 경우  $3686\text{cm}^{-1}$ 에서 강한 O-H 기의 stretching vibration 밴드가 관찰되고 있으나 분쇄처리를 실시함에 따라 흡수밴드의 강도는 점차 작아져 240분 분쇄시 완전히 소멸되었다.

Fig. 4에서 보듯이 활석을 유성밀로 분쇄처리할 경우 Si-O-Mg 결합을 표시하는  $450\text{cm}^{-1}, 530\text{cm}^{-1}$  흡수밴드 및 Si-O 결합과 관련된  $669\text{cm}^{-1}, 1021\text{cm}^{-1}$  흡수밴드의 피크강도가 점차 작아져 60분 이상 분쇄한 실험조건에서는 대부분의 피크가 거의 소멸되었다. 특히  $450\text{cm}^{-1}, 530\text{cm}^{-1}$  흡수밴드와 O-H stretching을 의미하는  $3676\text{cm}^{-1}$  흡수밴드의 소멸은 tetrahedral-octahedral 결합의 파괴를 뜻하고 있다.

### 3.2 DSC 및 TG 분석

분쇄시간 변화에 따른 사문석의 DSC(Differential Scanning Calorimeter) 분석결과를 Fig. 5에 나타내었다. Fig. 5에서 보듯이 사문석 원시료는  $629^\circ\text{C}, 722^\circ\text{C}, 1,200^\circ\text{C}$ 에서 흡열반응이 그리고  $823^\circ\text{C}$ 에서 발열반응이 나타나고 있다.  $722^\circ\text{C}$ 에서 나타난 흡열반응은 유성밀로 분쇄처리함에 따라 피크강도가 작아지고 점차 저온쪽으로 이동하고 있다. 240분 분쇄처리시 Mg octahedral local 구조에서 (OH)기를 잃게되는 탈수(dehydration) 현상 때문에  $629^\circ\text{C}$ 와  $722^\circ\text{C}$ 의 흡열피크는 완전히 사라짐을 볼 수 있으나  $1,200^\circ\text{C}$ 의 흡열피크는 240분 분쇄처리하여도 존재하는 것으로 보아 자철석, 투각섬석, 투휘석과 관련이 있는 것으로 사료된다. 또한 분쇄시간이 증가함에 따라 흡열피크의 위치가 점차 저온쪽으로 이동하는 데, 이는 기계적 분쇄처리에 의한 사문석 결정의 불규칙화 및 OH그룹의 결합에너지 감소로 인하여 탈수반응이 용이하게 일어나기 때문으로 판단

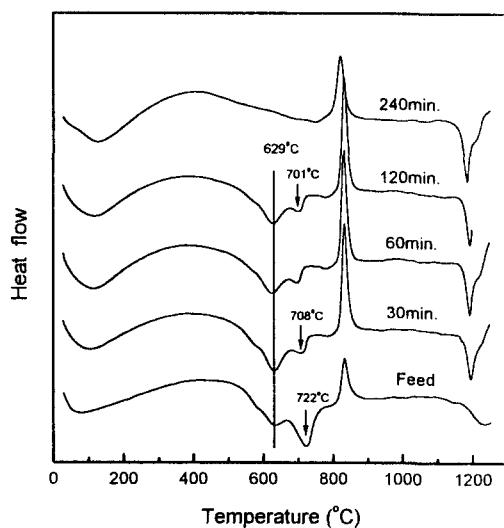


Fig. 5. DSC curves for serpentine samples obtained at various grinding time.

된다. 823°C 부근에서 forsterite ( $Mg_3SiO_4$ )의 형성으로 인하여 나타나는 발열피크는 분쇄시간이 증가함에 따라 피크 강도가 증가하고 있으며 이는 사문석을 기계적으로 활성화 처리함에 따라 forsterite의 결정화가 쉽게 일어난다는 것을 의미하고 있다.

분쇄시간 변화에 따른 활석의 TG 및 DSC 분석결과를 Fig. 6, 7에 표시하였다. Fig. 6에서 보듯이 분쇄처리를 하지 않은 활석의 경우 650°C 까지는 변화가 없으나 그 이상의 온도에서는 무게감량이 일어나고 있으며 약 750°C에서 1차 흡열반응이, 1050°C 부근에서 약한 2차 흡열반응이 일어난 후 완만한 발열반응이 관찰되었다(Fig. 7). 750°C에서 나타난 흡열피크는 백운석(dolomite) 중의  $MgCO_3$ 의 분해에 의한 탄산가스 방출과 녹니석의 흡열반응에 기인한 것이며 또한 1,050°C 부근에서 나타난 흡열반응은 백운석 중  $CaCO_3$  분해와 탈수산(dehydroxylation) 현상 그리고 enstatite 분해반응 때문에 나타난 것으로 추측된다. 그러나 유성밀로 30분 분쇄한 경우 활석 원시료보다 낮은 온도에서 무게감량이 시작되고 있으며 1차 흡열반응 피크는 약 15°C 낮은 735°C에서, 2차 흡열피크는 920°C에서 관찰되고 있다. 또한 60분 분쇄처리한 조건에서는 온도가 높아짐에 따라 무게감량이 지속적으로 일어나고 있으며 685°C에서 나타난 흡열반응의 피크강도가 급격히 감소한 반면 2차 흡열피크는 소멸되었다. 120분 이상 분쇄한 조건에서는 기계적 외력으로 인하여 내부에너지의 축적현상 즉 mechanochemical 효과로 인하여 무질서한 결정구조가 생성되었기 때문에 흡열반응 피크가 완전히 소멸되었다. Fig. 7에서 볼 수 있는 또 다른 특징은 60분 이상 분쇄시 나타나는 825°C 부근의 발열피크인데 이는 분쇄처리에 의하여 생성된 준안정상태의 비정질상이 825°C 부근에서 enstatite로 결정화됨을 나타내고 있다. 한편 Filio<sup>4)</sup> 등은 분쇄초기에는 일부의 (OH)기가 변화하지 않은 상태로 존재하고 있으나 유성밀로 분쇄시 활석 원시료의 수산기 성분이 이완된

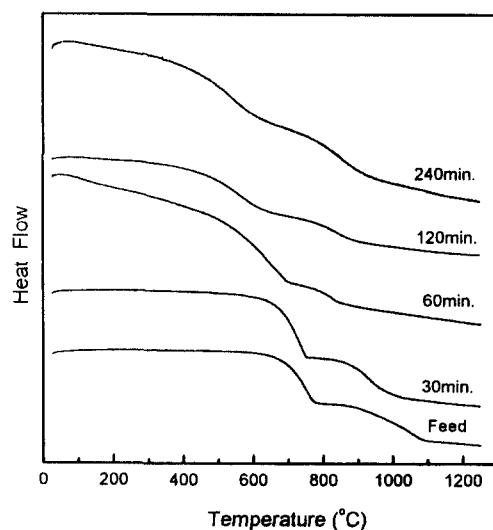


Fig. 6. TG curves of talc ground at various grinding time.

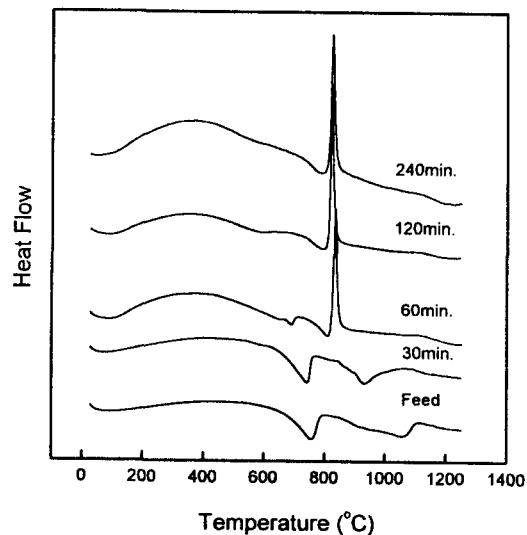


Fig. 7. DSC curves for talc samples obtained at various grinding time.

결합의 수산기 (loosely bonded hydroxyl)나 결합되지 않은 흡착수(unbonded absorbed water)로 변화하였기 때문에 분쇄처리를 함에 따라 흡열반응의 피크강도가 감소한다고 설명하고 있다.

분쇄처리를 하지 않은 국내산 활석 원시료를 열처리한 결과에 의하면 1,000°C 이상의 온도에서는 다음 반응에 의하여 enstatite가 생성되어 활석과 공존하고 있으며 1,100°C에서는 활석의 피크는 완전히 사라지고 enstatite 피크만 존재한다고 보고된 바 있다.<sup>5)</sup>



여기서  $MgSiO_3$  ; enstatite

$SiO_2$  ; cristobalite

또한 Klein<sup>4)</sup> 등은 활석을 열처리할 경우 700°C 이하에

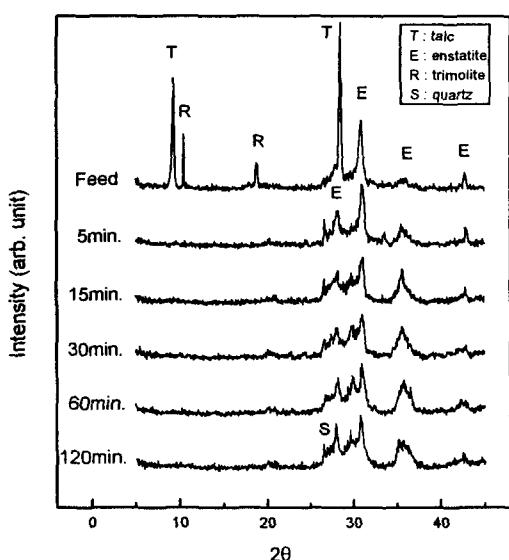


Fig. 8. X-ray diffraction patterns of talc samples ground at various time and heat-treated for 60min. at 850°C.

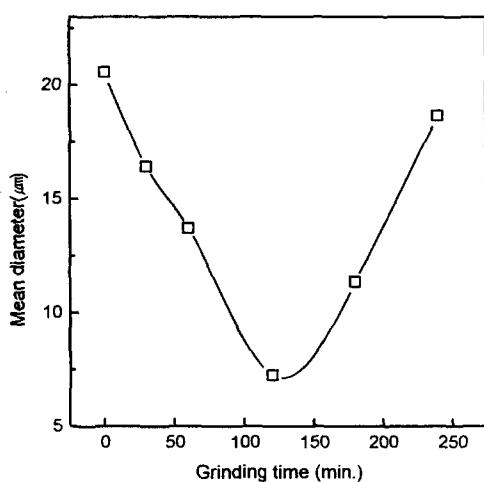


Fig. 9. Variation of mean diameter( $d_{50}$ ) of serpentine with grinding time.

서는 형태의 변화가 일어나지 않았으며 800°C 부근에서 초기 변형이 일어나고 900~1,000°C 사이에서 (OH) 기의 탈리반응이 완료된다고 하였다.

그러나 본 실험 결과 분쇄를 전혀 실시하지 않은 활석 시료의 경우 약 750°C 부근에서 활석에 잔류하고 있던 (OH) 기의 탈수현상이 일어나고 1,050°C 부근에서 활석이 enstatite로 분해되는 반응이 일어났으며 분쇄처리시 보다 낮은 온도에서 enstatite로 분해되는 것으로 관찰되었다. 따라서 유성밀로 활석을 분쇄처리시 enstatite 생성에 미치는 분쇄시간의 영향을 조사하고자 하였다. Fig. 8은 일정시간 동안 분쇄처리된 시료를 850°C에서 1시간 열처리한 반응산물에 대한 X-ray 회절분석 결과를 나타내고 있다. 분쇄처리를 하지 않은 원시료의 경우  $2\theta$ 값 9.3°와 28.50°에서 활석의 주피크가, 그리고 30.85°와 35.45°에서 enstatite의 주피크가 관찰되어 활석과 enstatite가 공존하고 있음을 알 수 있다. 그러나 유성밀로 분쇄처리한 경우 분쇄시간에 관계없이, 즉 5분 분쇄한 조건에서도 대부분 enstatite로 분해되었음을 뚜렷이 볼 수 있다. 한편 Filio<sup>4)</sup> 등의 연구결과에 의하면 분쇄시간 30분 까지는 활석과 enstatite가 공존하였으나 30분 이상 분쇄처리시 enstatite 피크만 관찰되었다. 이상의 결과로부터 전식분쇄로 활석의 결정구조를 파괴할 경우 enstatite와  $\text{SiO}_2$ 로 분해되는 온도를 상당히 낮출 수 있음을 알 수 있었다.

### 3.3 입도변화

Fig. 9는 분쇄시간에 따른 사문석 시료의 입도를 분석한 결과이다. 사문석 원시료의 평균입도는 20.6  $\mu\text{m}$  이었으나 분쇄시간이 증가함에 따라 점차 감소하여 60분, 120분 분쇄시 각각 13.7  $\mu\text{m}$ , 7.2  $\mu\text{m}$ 을 나타내었다. 그러나 분쇄시간 180분에서는 11.4  $\mu\text{m}$ , 240분에서는 18.6  $\mu\text{m}$ 으로 120분 이상의 분쇄시간에서는 평균입도가 오히려 증가하고 있음을 알 수 있다. 이와 같은 평균입도의 증가는 분쇄처리 시간이 증가함에 따라 사문석 입자가 서로 응집하기 때문으로 사료된다.

Fig. 10, 11은 분쇄시간 변화에 따른 활석의 평균입도, 비표면적 그리고 입도분포곡선을 나타낸 것이다. Fig. 10에서 보듯이 사문석의 결과와는 달리 평균입도 15.3  $\mu\text{m}$ 인 활석 원시료는 분쇄시간이 증가함에 따라 입도가 지속적으로 감소하여 60분 분쇄시 6.9  $\mu\text{m}$  그리고 240분 분쇄시 약 4.5  $\mu\text{m}$ 을 나타내고 있다. 또한 2.3  $\text{m}^2/\text{gr}$ 인 활석의 비표면적은 초기 분쇄단계에서 급격히 증가하여 30분 분쇄시 32.1  $\text{m}^2/\text{gr}$ 를 나타내었으나 분쇄시간이 그 이상 증가함에 따라 60분에서 19.8  $\text{m}^2/\text{gr}$  그리고 240분에서 3.8  $\text{m}^2/\text{gr}$ 로 급격히 감소하였다. 이와 같이 비표면적이 초기에 증가하는 요인은 유성밀의 충격과 마찰작용으로 인한 활석 입자의 미세화 그리고 결정구조의 교란과 미분해된 활석입자 표면에너지의 증가로 평평한 면과 날카로운 모서리를 갖는 활석입자가 구형의 응집체로 변화시 형성된 내부 기공 때문에 사료된다. 입도분포를 조사한 결과 분쇄가 진행됨에 따라 뚜렷한 binary mode 형태로 변하고 있으며 본 실험 조건하

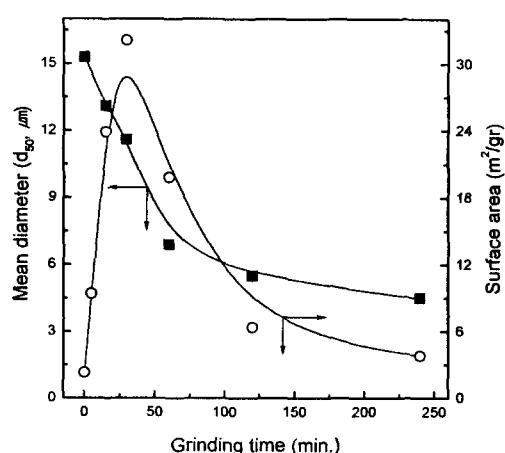


Fig. 10. Mean diameter( $d_{50}$ ) and surface area of talc with grinding time.

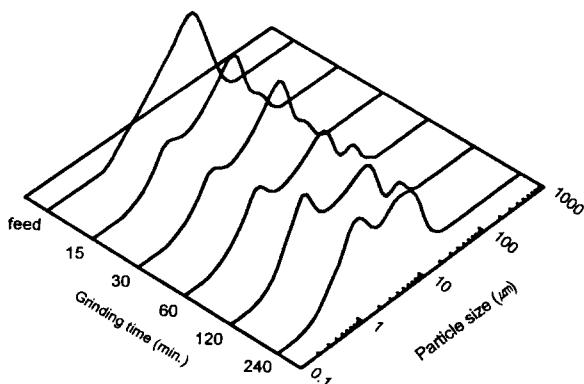


Fig. 11. Particle size distribution of original talc and ground specimens.

에서는 활석의 입도분포곡선이 미분영역으로 서서히 이동하고 있었다. 또한 입도와 비표면적 분석결과를 종합하면 30분 이상 분쇄한 조건에서는 입자의 응집현상으로 인하여 비표면적이 감소하고 있으나 평균입도는 분쇄시간이 증가함에 따라 지속적으로 감소하고 있는데 이는 분쇄과정에서 응집된 활석입자가 입도분석 과정에서 실시하는 초음파 처리로 인하여 분리되었기 때문으로 사료된다. 한편 Sanchez<sup>5)</sup> 등의 연구결과에 의하면 활석을 유성밀로 분쇄한 경우 분쇄시간 15분까지는 평균입도가 급격히 감소하였으나 그 이상의 분쇄시간에서는 오히려 평균입도가 증가하였으며 Filio<sup>4)</sup> 등도 분쇄시간 30분까지는 활석의 평균입도가 감소한다고 보고한 바 있다. 활석에 대한 본 실험의 연구결과가 활석에 대한 다른 연구자들의 결과(분쇄시간이 증가함에 따라 활석의 평균입도가 지속적으로 감소)와 상이한 것은 입도분석조건, 사용시료인 활석의 구성성분 및 응집력의 차이 때문으로 사료된다.

Fig. 12는 유성밀로 분쇄한 활석의 표면을 관찰한 SEM 사진이다. 사진에서 보듯이 편평하고 날카로운 모서리를 가진 불규칙한 모양의 활석 원시료(a)는 분쇄시간이 증가함에 입자 표면에너지의 증가로 인하여 점차 구형으로 변하고 있으나 분쇄시간 15분 까지는 일부 미세하고 편평한 형태의 활석입자로 구성된 조직이 관찰되었다. 그러나 60분 이상 분쇄한 시료(b)에서는 활석의 결정조직이 발견되지 않았으며 mechanochemical 효과로 인하여 새로운 결정구조가 형성된 것으로 판단된다.

#### 4. 결 론

유성밀로 분쇄처리시 사문석과 활석의 결정구조 및 물리적 특성변화를 관찰한 결과를 요약하면 다음과 같다.

① 120분 이상 건식 분쇄처리시 사문석과 활석의 결정구조는 결정상에서 비정질상으로 변하였으며 이는 mechanochemical effect에 의하여 Mg 주위의 local 구조가 무질서(disordering)화 되었기 때문이다.

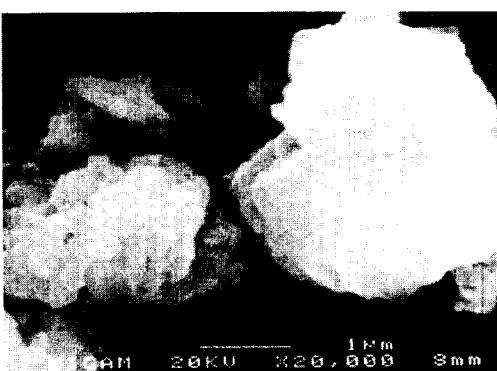
② 기계적 외력으로 야기된 결정조직의 교란 및 OH그룹의 결합에너지 감소 등으로 인하여 분쇄시간에 따라 흡열피크가 저온쪽으로 이동하였으며 사문석의 경우 240분 분



(a)



(b)



(c)

Fig. 12. SEM photographs of talc particles ground by a planetary ball mill. (a) raw material, (b)  $t = 60\text{min}$ , (c)  $t = 240\text{min}$ .

쇄시 그리고 활석은 120분 분쇄시 흡열피크가 완전히 소멸하였다. 또한 사문석으로부터 forsterite ( $\text{Mg}_3\text{SiO}_4$ )로 그리고 활석으로부터 enstatite ( $\text{MgSiO}_3$ )로 결정화됨으로 인하여 823°C, 825°C에서 새로운 발열피크가 나타났다.

③ 20.6μm인 사문석 원시료의 평균입도는 분쇄시간이 증가함에 따라 감소하여 120분 마광시 7.2μm을 나타내었으나 120분 이상 분쇄시 입자사이의 응집현상으로 인하여 평균 입도는 오히려 증가하여 240분 분쇄시 18.6μm를 나타내었다. 활석의 경우 (15.3μm) 분쇄시간이 증가함에 따라 입도가 지속적으로 감소하여 60분 분쇄시 6.9μm 그리고 240

분 분쇄시  $4.5\mu\text{m}$ 을 나타내었다.

④ 사문석과 활석의 morphology를 관찰한 결과 편평하고 불규칙한 원시료 모양이 분쇄 처리를 함에 따라 표면에 너지의 증가로 인하여 점차 구형의 응집체로 변하였다.

### 참 고 문 헌

1. K. Kosuge, 1995, Micropore Formation by Acid Treatment of Antigorite : Chem. Mater., vol. 7, pp. 2241-2246.
2. S. Sakamoto, 1960 : Kogyo-kagaku-Zasshi, vol. 63, pp.1172-1174.
3. F. Saito, 1997, Enhancement of acid extraction of Magnesium and Silicon from Serpentine by Mechanochemical treatment : Hydromet., vol. 45, pp.323-331.
4. J. M. Filio, 1994, A study on Talc ground by Tumbling and Planetary ball mills : Powder Technol., vol. 78, pp.121-127.
5. E. C. Sanchez, 1996, Extraction of Magnesium from Mechanochimically Activated Talc by Acid Leaching : 資源と素材, vol. 112, pp.719-722.
6. B. S. Gergis, 1976, Textural Variations of Acid-treated Serpentine : J. Appl. Chem. Biotechnol., vol. 26, pp.9-14.
7. K. Kosuge ; "Hydrothermal Synthesis of Kaolinite from Serpentine".
8. K.J.R. Ford, 1992, Leaching of fine and pelletized Natal Kaolin using Sulphuric Acid: Hydromet., vol. 29, pp.109-130.
9. P. Petrovski, 1987, Usage of Serpentine for MgO and Active SiO<sub>2</sub> Production : High. Tech. Ceramics, Printed in The Netherlands, pp.2267-2278.
10. K. Shimada, 1992, Preparation and Utilization of Amorphous Silica from Serpentine: 資源-素材學會誌, vol. 108, No 6, pp.443-447.
11. L. G. Hernandez, 1986, Preparation of Amorphous Silica by Acid Dissolution of Sepiolite : J. Colloid and Interface Science., vol. 109, pp.150-160.